

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

Treating agent for modifying polyester fibre - contg. solid alkyl-modified silicon-resin, hydrocarbon of solid-paraffin and/or solid ester-cpd.
 Patent Assignee: MATSUMOTO YUSHI SEIYAKU KK

Patent Family

Patent Number	Kind	Date	Application Number	Kind	Date	Week	Type
JP 3014683	A	19910123	JP 89148068	A	19890609	199110	B
JP 2664481	B2	19971015	JP 89148068	A	19890609	199746	

Priority Applications (Number Kind Date): JP 89148068 A (19890609)

Patent Details

Patent	Kind	Language	Page	Main IPC	Filing Notes
JP 2664481	B2		6	D06M-015/643	Previous Publ. patent JP 3014683

Abstract:

JP 3014683 A

Treating agent (I) contains (A) solid silicone-resin with three-dimensional net-structure and m.pt. of more 50 deg.C; (A) is pref. alkyl-modified silicone-resin; to which (B) hydrocarbon of solid-paraffin and/or (C) solid ester-cpd. can be added.

(A) is pref. silicone modified by 1-5C alkyl, which is diluted with e.g. toluene, isopropanol etc., or made into aq. emulsion with surfactant, to give treating agent (I). (B) Hydrocarbon of solid-paraffin is pref. one with m.pt. of pref. more than 50 deg.C. (C) Solid ester-cpd. is pref. K-lauryl-phosphate, Na-polyoxyethylene-cetyl-sulphate etc. Amt. of (B) and (C) is pref. 20-400 pts.wt. per 100 pts.wt. of (A). Fibre treated is pref. polyester, nylon, acryl, polypropylene, polyethylene, acetate, vinylon, rayon, cotton, wool, etc. which is treated with treating agent (I) in amt. of the (I): pref. 0.01-3.0 pts.wt. per 100 pts.wt. polyester fibre.

USE/ADVANTAGE - Treating agent for giving pulling-resistance and its durability to cotton like fibres can be produced, treated fibre can be used for thin cloth with drape given by high-press water-flow, e.g. for high grade 'kimono', sleeping-bag, quilting, disposable fibrous material for medical-, sanitary-, cosmetic-, civil-engineering-, daily-necessities-use, coating-, wrapping-, polishing-material; breaking of fibres can be inhibited. (7pp Dwg.No.0/0)

Derwent World Patents Index

© 2003 Derwent Information Ltd. All rights reserved.

Dialog® File Number 351 Accession Number 8563979

⑫ 公開特許公報(A) 平3-14683

⑬ Int. Cl.³

D 06 M 15/643
13/00

識別記号

庁内整理番号

9048-4L
9048-4L
9048-4L
9048-4L

⑭ 公開 平成3年(1991)1月23日

D 06 M 15/643
13/00

審査請求 未請求 請求項の数 3 (全7頁)

⑮ 発明の名称 繊維改質用処理剤

⑯ 特 願 平1-148068

⑰ 出 願 平1(1989)6月9日

⑱ 発 明 者 米 田 陽 彦 大阪府八尾市澁川町2丁目1番3号 松本油脂製薬株式会社内

⑲ 発 明 者 高 橋 一 栄 大阪府八尾市澁川町2丁目1番3号 松本油脂製薬株式会社内

⑳ 出 願 人 松本油脂製薬株式会社 大阪府八尾市澁川町2丁目1番3号

㉑ 代 理 人 弁理士 青 山 葆 外1名

明 細 書

1. 発明の名称

繊維改質用処理剤

2. 特許請求の範囲

1. 融点約50℃以上の3次元的の網状構造を有する固体シリコン樹脂を含有する繊維改質用処理剤。

2. 3次元的の網状構造を有する固体シリコン樹脂がアルキル変性シリコン樹脂である請求項1に記載の繊維改質用処理剤。

3. 融点約50℃以上の3次元的の網状構造を有する固体シリコン樹脂および固体パラフィン系炭化水素および/または固体のエステル化合物を含有する繊維改質用処理剤。

3. 発明の詳細な説明

産業上の利用分野

本発明は繊維改質用処理剤、特に、綿等の繊維集合体の引き抜き抵抗力を改善し、綿切れを防止するために有用な繊維改質剤に関する。

従来の技術

近年、布団やシート類は手触りのさらっとした感触のものが求められる傾向があり、繊維素材としてポリオレフィンやポリエステル繊維等の疎水性繊維またはこれらを含む複合繊維が用いられる傾向が増大している。これらの繊維は一般的に滑り易く、綿状にした際引き抜き抵抗力が小さく綿切れし易いと云った欠点がある。

一方、布団自体も薄手のものが流行しており、従って布団綿も薄手のものが必要となり、益々疎水性繊維綿の引き抜き抵抗力の向上が要望されるに至っている。

また生産面からみると、生産効率をあげるための高速処理が必然の流れであり、高速処理によっても綿切れしない性質および生産工程中積載しても滑らない性質が特に要望されている。

以上のことより要請は単に布団綿に限らず、シート類、パフ、生理用品、和服や寝袋あるいはキャンプの中綿、研布等種々の綿素材においても重視されるに至っている。

更に合成繊維による不織布は上記の他水透過性、

制電性などのバランスにも問題があった。

この引抜き抵抗を改善するためのコロイダルシリカや安息香酸石炭酸、トリメリット酸石炭酸、ノニルフェノール、ラウリン酸、ラウリルアルコール等のポリオキシエチレン付加物、鉱物油等の仕上げ剤を処理する方法が取られてきた。しかし、コロイダルシリカやトリメリット酸等の石炭酸の場合は、それを給油処理した繊維を布団綿状に加工する工程、例えば梳綿、ニードルパンチングあるいはウォーターニードリングなどで仕上げ剤が脱落し、仕上げ剤の効果が著しく減退してしまうこと、およびその脱落物により梳綿機などの加工機器や繊維が損傷を受けたり、脱落物により繊維が汚染されるなどの問題がある。また、ノニルフェノール、ラウリン酸、ラウリルアルコール等のポリオキシエチレン付加物、鉱物油等を使った仕上げ剤は効果が少なく、その量を多くして目標水準に近付けることができても、仕上げ剤の脱落による工程汚れや脱落物に繊維が付着増殖し生産性が低下するなどの点で問題があった。

特に常温以下になると、通常のシリコン油においてみられるとき潤滑性が発現し、却って、引き抜き抵抗が低下し、滑り易くなる。また、ウォーターニードリングやニードルパンチおよび機械的洗濯に体する耐久性が失われる。

本発明繊維改良用処理剤は上記固体シリコン樹脂を適当な希釈剤に希釈することにより得られる。

希釈剤としては、固体シリコン樹脂を溶解あるいは分散する溶剤、例えばトルエン、イソプロパノール、ヘキサノール、イソブチルメチルケトン、クロロホルム等であってもよい。さらにまた、固体シリコンを溶媒に溶解し、あるいはそのままで適当な界面活性剤を用いて水に分散または乳化させてもよい。

本発明繊維改良用処理剤は固体シリコン樹脂に加えて固体パラフィン系炭化水素および/または固体エステル化合物を含有していてもよい。

固体パラフィン系炭化水素は、融点50℃以上で高いほうが有効であり、直鎖状でも環状または

発明が解決しようとする課題

布団綿状繊維集合体に引き抜き抵抗力を付与する上に、この性能が耐久性よく保持される制電性、水透過性においてもすぐれている繊維改良用処理剤を提供するものである。

課題を解決するための手段

本発明は、融点約50℃以上の3次元網状構造を有する固体シリコン樹脂を含有する繊維改良用処理剤を提供する。

本発明に用いる固体シリコン樹脂は、3次元網状構造を有し、融点50℃以上、より好ましくは約60℃以上の固体状のポリオルガノシロキサンであり、部分的に炭素数1以上のアルキル基、フェニル基および/または環式基で置換されていてもよく、特に好ましくはアルキル置換シリコン樹脂である。アルキル基の炭素数は平均1~20個、特に1~5個のものが好ましい。

固体シリコン樹脂の融点は高いほうが好ましい。融点が約50℃以下では、本発明が目的とする引き抜き抵抗が十分に得られず、融点が40℃以下、

側鎖を形成してもよい。

固体エステル化合物は、融点が60℃以上のリン酸エステル塩、硫酸エステル塩、脂肪族系エステル、脂肪族系ポリアルキレンポリアミン縮合物の少なくとも1種以上であり、次のような化合物が挙げられる。ラウリルホスフェートK塩、ステアリルホスフェートK塩、ペヘニルホスフェートK塩、炭素原子数30以上のアルキルホスフェートK塩またはこれらホスフェートのNa塩、ポリオキシエチレンステアリルアミン塩、ステアリルアミン塩などのアミン塩であるリン酸エステル塩、ラウリルサルフェートK塩、ポリオキシエチレンラウリルサルフェートK塩、ステアリルサルフェートK塩、ポリオキシエチレンステアリルサルフェートK塩、ポリオキシエチレンアルキル(炭素原子数30以上)サルフェートK塩またはこれらサルフェートのNa塩、ポリオキシエチレンステアリルアミン塩、ステアリルアミン塩などのアミン塩である硫酸エステル塩、ジステアリルスルフォサクシネートK、ステアリルスルフォネートK塩、

セチルスルフォネートK塩、またはこれらスルフォネートのNa塩、ポリオキシエチレンステアリアルアミン塩、ステアリアルアミン塩などのアミン塩であるスルフォネート塩などが挙げられる。

脂肪族系エステルとしては、ステアリンステアレート、ラウリンステアレート、アルキル(炭素数30以上)ステアレート、ラウリルテラフレート、ジステアリアルジペート、脂肪族系ポリアルキレンポリアミン重合体としては、ステアリン酸などの脂肪酸とジエチレントリアミンなどのポリアルキレンアミンとの重合体、ステアリン酸などの脂肪酸とジエタノールアミンなどのアルカノールアミンとの重合体、ジステアロイルアミドなどが挙げられる。

固体パラフィンおよび固体エステル化合物は、単独で固体シリコン樹脂に配合してもあるいは2種以上併用してもよい。

固体パラフィン系炭化水素および固体エステル化合物は固体シリコン樹脂100重量部に対し、約2~1000重量部、より好ましくは約20~

化剤、帯電防止剤、潤滑剤、柔軟剤、防腐剤、防錆剤、消泡剤等を配合してもよい。

本発明処理剤は、繊維100部に0.01~3.0部、望ましくは0.05~0.5部付着させればよく、そのため、水、アセトン、アルコール、n-ヘキサン等で希釈して分散乃至溶解した状態で付与すればよい。

本発明処理剤により繊維を処理する場合、各成分を混合処理しても、別々に処理してもよく、また、何回かに分けてあるいは何箇所かに分けてあるいは何箇所かで繰り返し処理することもできる。

本発明処理剤を繊維に付与する場合、原料繊維に本発明処理剤を振り掛ける噴霧法か、その溶液に原料繊維を浸漬する浸漬法、その他染色法などが挙げられ、布団綿状あるいはパフ状、シート状にした後に付与することもできる。

本発明処理剤を処理した繊維は、布団綿状繊維集合体を水液で噴射処理する場合でも、綿状繊維の引き抜き抵抗力が強いので綿切れの発生が防止される。また、本発明処理剤で処理した繊維表面

400重量部配合する(固体パラフィンおよび固体エステル併用の場合は両者の合計量)。

固体パラフィンや固体エステルの量が1000重量部より多いと、引抜き抵抗が弱くなり、2重量部より少ないとシートの均斉度が低下するなどの問題がある。

固体パラフィン系炭化水素又は/及び固体エステル化合物を用いることにより、給油処理繊維がざらりとした触感になり、シートの均斉度が向上し、商品価値が改善される。

特に固体エステル化合物として、リン酸エステル類を用いると繊維に帯電防止性を付与することができ、その結果シートを生産する時と加工する時に、繊維の乱れが減少し、均斉度が向上して、生産性および製品価値が向上する等の効果がある。また、固体エステル化合物として酸化アルキレン付加アルキルリン酸エステルを用いることにより、処理剤成分相互の相溶性が良くなって、処理剤を容易に均一付着させる等の効果がある。

本発明繊維改良用処理剤は上記成分の他更に乳

は、電子顕微鏡でみるとコロイダルシリコンとアルキル変性固形状シリコンは付着状態が違い、前者は点状に突起があり、後者は凹凸状に面付着しており、この差が耐久性の差になると思われる。

なお、この付着状態は、ホスフェート塩等の成分が境界潤滑の特性を示すのに対して、上記2点繊維表面で固体潤滑の特性を示しているため、高摩擦性の繊維が得られるものと考えられる。

本発明処理剤で処理し得る繊維としては、ポリエステル、ナイロン、アクリル、ポリプロピレン、ポリエチレン、アセテート、ビニロン、レイヨンおよびこれらの複合繊維類を含めた合繊の他に綿、絹、羊毛などの天然繊維などが挙げられ、これらを単独あるいは併用されていても有効である。

以下、実施例によって本発明を具体的に説明するが、本発明はそれらによって何等限定されるものではない。

実施例1~8および比較例1~5

ポリオレフィン系複合繊維綿(長さ51mm、太さ2de)100gを表-1(1)~(2)に示す処方

の樹脂改良処理剤3重量%分散液(45-50℃)に浸漬し、液が十分綿内部に浸透した後、引き上げ、絞り率10%に絞った後80℃で30分間乾燥した(処理剤固形分付着量0.3重量%(対綿織))。

上記処理綿を用い、以下の方法で引き抜き抵抗性、および帯電性を評価した。結果を表-1(3)に示す。

引き抜き抵抗性

破綿機により作製した市綿綿を40g/m²の厚さ10cmの長さで切断してつかみ間隔10cmに両端をつかんで50cm/minの引張り速度で引張り、引張り強力の最高値を引き抜き抵抗性とした。

帯電性

20℃、50%RHの湿度度で破綿機により破綿を作製するときに、破綿機を通過直後の帯電電量の最高値を帯電性とした。

表-1(2)

	比較例				
	1	2	3	4	5
ポリオキシエチレン(n=9)ノニルフェニルエーテル	70				
ポリオキシエチレン(n=7)ラウリルエーテル	10				
ポリオキシエチレン(n=3)ラウリルエーテル		20			
ポリオキシエチレン(n=9)ラウリルエーテル			70		
ポリオキシエチレン(n=20)ひまし油エーテル					30
ポリオキシエチレン(n=30)ステレン化フェノールエーテル					25
ポリオキシエチレン(n=5)ラウリルフェニルエーテルNa塩			30		20
ラウリン酸ジエタールアミド		10			
アルカン(C12~14)スルホネートNa塩		10			
ポリブテン					25
トリアリレート酸K塩				100	
コロイダルシリカ	20				
鉱物油		60			

表-1(3)

	実施例									
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
引き抜き抵抗(σ)	70	71	73	70	73	72	74	75	40	33
静電電 (HV)	0.1	0.2	0.5	0.4	0.1	0.6	0.1	0.3	0.5	0.1

表-1(1)

	実施例									
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
アルキル変性固形シリコン										
クワリルホスフェートK塩										
ポリオキシエチレン(n=3)セチルサルフェートNa塩										
PEG(MW1540)イソブチルポリエステル(MW9800)	55	15								
ジメチルシリコン(粘度200cst 30℃)	40	30								
ポリオキシエチレン(n=5)ひまし油エーテル			10							
ポリオキシエチレン(n=10)ひまし油エーテル			30							
ポリオキシエチレン(n=5)ラウリルホスフェートNa塩			30							
ポリオキシエチレン(n=20)ソルビタンモノステアレート			30							
ポリオキシエチレン(n=30)ステレン化フェノール										
アルカン(C12~14)スルホネートNa塩					15					
鉱物油										
ステアラルホスフェートK塩					15					
固形パラフィン(融点50℃)					5					
ラウリン酸ジエタールアミド					75					
ポリオキシエチレン(n=3)セチルホスフェートK塩										
部分酸化ポリエチレン					45					
ポリオキシエチレン変性シリコン										
オレイルイミダゾリウムエチルサルフェート										
ポリブテン(MW300)										
ポリオキシエチレン(n=10)アルキル(炭素数35)ステアレート										

実施例9-12および比較例6-7

ポリプロピレン系織物(長さ51mm、太さ1.5de)100gを表-2に示す処方の織物改質処理剤3重量%分散液(45-50℃)に浸漬し、液が十分織物内部に含浸した後、引き揚げ、絞り率10%に絞った後80℃で30分間乾燥した(処理剤固形分付着量0.3重量%(対織物))。上記処理剤を用い、以下の方法で引き抜き抵抗性、および帯電性を評価した。結果を表-2に示す。

表-2

	実施例					比較例	
	9	10	11	12	6	7	
アルキル変性固形状シリコーン	5	40	20	40	1	1	
ステアリンホルホスフェートK塩	70	70	70	70	70	70	
ポリオキシエチレン(n=10)ひまし油エーテル	9	9	9	9	9	9	
ポリオキシエチレン(n=10)アルキル(c=35)エーテル	9	9	9	9	9	9	
ポリオキシエチレン(n=10)アルキル(c=35)ステアレート	-	-	-	-	-	-	
固形状シリコーン (融点50℃)	12	12	12	12	12	12	
コロイダルシリカ	-	-	-	-	5	20	
ポリオキシエチレン(n=10)ニルフェノール	-	-	-	21	-	-	
ポリオキシエチレン(n=5)ラウリルホルホスフェートK塩	-	-	-	70	-	-	
引き抜き抵抗 (g)	70	80	78	80	32	39	
白粉 (点)	0	1	1	1	3	5	
綿粒 (点)	0	1	1	2	4	4	
静電気 (KV)	0.2	0.5	0.3	0.3	0.2	0.3	
耐久 性	0.51	0.62	0.57	0.6	0.34	0.42	

耐久性

織物を試験機にて繰り返し5回解織した織物を用いてJIS-L1015に準拠して静摩擦係数を測定し耐久性を評価した。

白粉

原綿を試験機にて解織し試験機表面の白粉付着状態を白粉とした。

綿粒の発生

30℃70%RHの湿度で原綿を試験機にて解織し作製された試験綿²当たりの粒状の塊(綿粒)の数を測定し、次の5水準で判定した。綿粒無し(0点)、5個以下(1点)、10個以下(2点)、15個以下(3点)、30個未満(4点)、30個以上(5点)。

透水性

不織布(30g/m²)を成型した。得られた不織布を張り、その表面にピペットで水滴を載せ、水滴の消失時間を観察した。

- 5: 瞬時に水滴が消失した。
- 4: 10秒以内に水滴が消失した。
- 3: 10秒を超え30秒以内に水滴が消失した。
- 2: 30秒を超え60秒以内に水滴が消失した。
- 1: 60秒を超えても水滴が消失しない。

比較例6、7でコロイダルシリカ添加量の多い仕上げ剤を使うと引き抜き抵抗が大きくなるが、白粉の発生も増えるのに対して、実施例9-12において本発明に係るアルキル変性固形状シリコンを添加した仕上げ剤は一般と引き抜き抵抗が強く、白粉の発生も少なく非常に優れた結果を得た。

実施例13

織物100部にアルキル変性固形状シリコーン5部、フッ素樹脂10部、ラウリルホルホスフェートK塩85部の混合品の0.4部を給油したポリプロピレン織物の場合は引き抜き抵抗70g、白粉2点、静電気綿粒1点、0.3KVの結果を得た。

実施例14-23および比較例8-9

ポリエステル系織物(長さ51mm、太さ1.5de)100gを表-3に示す処方の織物改質処理剤3重量%分散液(50-55℃)に浸漬し、液が十

分練内部に含浸した後、引き揚げ、絞り率10%に絞った後80℃で60分間乾燥した(処理剤固形分付着量0.3重量%(対繊維))。

上記処理剤を用い、以下の方法で引き抜き抵抗性、および帯電性を評価した。結果を表-3に示す。

表-3

	実 験 例										比較例	
	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	8	9
アルキル鎖状シリコーン(融点150℃)	5	-	-	-	-	-	-	-	10	-	-	-
アルキル鎖状シリコーン(融点80℃)	5	5	15	-	-	-	-	5	5	10	-	-
アルキル鎖状シリコーン(融点180℃)	5	5	5	45	25	50	30	30	10	20	-	-
ラクリルホスフェートK塩	20	-	-	-	-	30	-	-	-	30	10	-
アルキル(炭素数38)ポリオキシエチレン(n=8)ホスフェートK塩	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
ジメチルシリコーン(粘度500cst 30℃)	-	-	10	-	-	-	-	5	-	10	-	-
固形パラフィン(融点50℃)	10	-	10	-	-	-	-	-	-	10	-	-
アルキル(C14-16)スルホネートNa塩	30	-	-	-	-	-	20	30	-	-	-	30
ポリオキシエチレン(n=3)ラクリルサルフェートNa塩	-	40	30	-	-	20	-	-	-	-	-	-
ポリオキシエチレン(n=3)ラクリルホスフェートNa塩	-	25	30	35	75	-	40	-	-	-	-	-
ポリオキシエチレン(n=3)ひまし油	-	5	-	20	-	-	10	20	20	-	-	20
ポリオキシエチレン(n=30)ひまし油	-	5	-	-	-	-	-	10	10	10	-	10
オレイルイミダゾリウムエトサルフェート	-	-	-	-	-	-	-	-	10	10	-	10
ステアリン酸ジエタノールアミドコロイダルシリカ	25	-	-	-	-	-	-	-	25	10	10	25
引抜き抵抗 (g)	70	70	67	85	80	82	83	86	82	73	42	38
帯電量 (KV)	0.1	0.1	0.1	0.2	0.1	0.2	0.1	0.1	0.2	0.2	0.2	0.1
吸水率 (%)	4	5	5	5	5	4	5	4	5	4	5	5

発明の効果

布団綿状繊維集合体に引き抜き抵抗性を付与するとともに、その性能がよく保持されて耐久性を有しているような処理剤を提供するものである。

本発明処理剤により改良された性能を使った布団綿状繊維集合体は、引き抜き抵抗性が強いので、その厚みを薄くした状態で高圧水洗を使って柔らかくてドレープ性を付与するような時には、特に好適な素材である。従って、高級な和服や寝装、キルティングの中綿に使って最適である。また、使捨て用繊維素材、特に医療や生理用および化粧用、土木あるいは日用雑貨などの用途に、その機能において被覆用や包装用および研磨用その他の分野にも好適な素材になる。

また、本発明処理剤を処理した布団綿状繊維集合体やシート、パフなどは、重ね合わせた時滑り落ちたり横にずれることがない品質の生産性が一段と向上する。

本発明繊維改良用処理剤で処理した繊維は綿の引き抜き抵抗が強く綿切れが防止できる。また、

層状の綿を積み重ねたときずれ落ちが防止される。

以上の理由から、布団綿等の生産効率が著しく向上する。さらに、本発明繊維改良用処理剤で処理した繊維は水の透過性、帯電性等のバランスに優れており、衛生材料としても有用である。

特許出願人 松本信田製薬株式会社

代理人 弁理士 青山 泰 ほか1名

手 宛 補 正 書

平成 1 年 7 月 31 日

7. 補正の内容

(1) 明細書、第10頁、第1行、「コロイダルシリコン」とあるを「コロイダルシリカ」に訂正する。

特許庁長官殿

1. 事件の表示

平成 1 年 特許願 第 1 4 8 0 6 8 号

2. 発明の名称

繊維改質用処理剤

3. 補正をする者

事件との関係 特許出願人

名称 松本油磨製薬株式会社

4. 代理人

住所 〒540 大阪府大阪市中央区城見2丁目1番G1号
ツイン21 MIDタワー内 電話(06)949-1261

氏名 弁護士(8214) 野山 猛



5. 補正命令の日付

白 発

6. 補正の対象

明細書の「発明の詳細な説明」の欄

万 式 券 査 (関)

